

PUB-NO: DE019653752A1

DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 19653752 A1

TITLE: Automatic method for cleansing measuring cells  
and  
capillaries used for determining surface  
tension

PUBN-DATE: June 25, 1998

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

BOETTGER, AXEL DR ING

COUNTRY

DE

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

SITA MESTECHNIK GMBH I G

COUNTRY

DE

APPL-NO: DE19653752

APPL-DATE: December 20, 1996

PRIORITY-DATA: DE19653752A ( December 20, 1996)

INT-CL (IPC): G01N013/02, G01N029/00

EUR-CL (EPC): B01L011/00 ; B08B003/12, B08B009/00 , G01N013/02

ABSTRACT:

CHG DATE=19990617 STATUS=O>The method involves bombarding capillaries (1) and measuring cell (2) with ultrasound and at the same time with a rinsing gas or liquid during a fixed interval between measuring operations of the equipment. The gas may be air or an inert gas. The liquid may be water or the liquid being analysed. The capillary and cell are connected to ultrasound generators (13a,13b) and a rinsing gas source (12) with a valve control (11) to the capillary. The rinsing liquid source (15) leads directly to the

cell.

These are operated by the same controls as are used for the measuring process

so that the equipment is operated and cleansed alternately, without any need

for dismantling.



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 196 53 752 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**G 01 N 13/02**  
G 01 N 29/00

②1 Aktenzeichen: 196 53 752.5  
②2 Anmeldetag: 20. 12. 96  
④3 Offenlegungstag: 25. 6. 98

DE 196 53 752 A 1

⑦1 Anmelder:  
Sita Meßtechnik GmbH i.G., 01217 Dresden, DE  
  
⑦4 Vertreter:  
Wolff, Rapp & Kollegen, 01067 Dresden

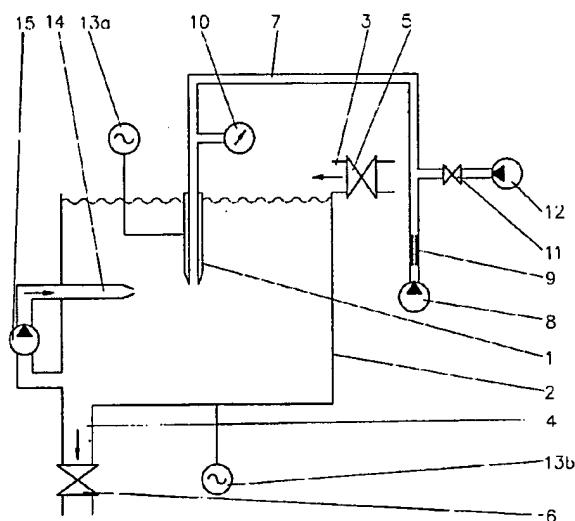
⑦2 Erfinder:  
Böttger, Axel, Dr.-Ing., 01309 Dresden, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑤4 Verfahren und Einrichtung zur Reinigung von Prozeßmeßzellen mit Kapillaren

⑤7 Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine Einrichtung zum automatischen Reinigen von Kapillaren von Prozeß-Meßzellen zur Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten. Bei bekannten Meßzellen dieser Art ist es erforderlich, die Kapillaren zur Sicherung der Meßgenauigkeit nach jedem Meßvorgang zu reinigen. Bei Labor-Meßzellen ist für eine Reinigung der Kapillaren die Demontage der Meßzelle erforderlich, was für Prozeß-Meßzellen nicht zumutbar ist.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein einfaches und funktionssicheres Verfahren zur Reinigung von Kapillaren von Prozeß-Meßzellen sowie eine Einrichtung zur Durchführung eines solchen Verfahrens zu schaffen. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch die kombinierte Anwendung von Ultraschall in Verbindung mit einem Reinigungsgas- und -flüssigkeitsstrom gelöst, wobei der Reinigungsvorgang während des Betriebes des Reinigungsgerätes alternierend zu den Meßvorgängen durchgeführt werden kann. Die Erfindung ist vorzugsweise zur Anwendung in Geräten der Haushaltstechnik, wie Waschmaschinen und Geschirrspülern, aber auch in der Stoffaufbereitung für Druck- und Beschichtungsanlagen anwendbar.



DE 196 53 752 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine Einrichtung zum automatischen Reinigen von Kapillaren enthaltenen Prozeß-Meßzellen, die zur Bestimmung der Oberflächenspannung von mit oberflächenaktiven Substanzen versetzten Flüssigkeiten, insbesondere in Wasch- und Spülprozessen, eingesetzt werden. Das Verfahren und die Einrichtung sind vorzugsweise zur Anwendung in Geräten der Haushalttechnik, wie Waschmaschinen und Geschirrspülern, vorgesehen. Aber auch in der Stoffaufbereitung für Druck- und Beschichtungsanlagen ist eine vorteilhafte Anwendung möglich.

Die Oberflächenspannung für die vorgenannten Prozesse wird vorzugsweise nach dem sogenannten Blasendruckverfahren bestimmt. Bei diesem Verfahren wird unter definierten Bedingungen über eine Kapillare ein Gas in die zu bestimmende Flüssigkeit gedrückt und über eine Meßeinrichtung der für den Blasenabriß erforderliche Gasdruck bzw. der Druckverlauf als Maß für die Oberflächenspannung der Flüssigkeit ermittelt.

Die Meßergebnisse werden sehr stark von Ablagerungen an den Kapillaren beeinflusst, weshalb die Meßgeräte zur Sicherung von reproduzierbaren Ergebnissen regelmäßig gereinigt werden müssen. Bei Labormeißgeräten o. g. Art, zum Beispiel für die Meßtechnik der Firmen Krüss GmbH und Lauda Dr. R. Wobser GmbH & Co. KG, ist vorgeschrieben, vor jeder Messung die Kapillare in einem Ultraschallbad oder mit Chromschwefelsäure zu reinigen, um reproduzierbare Meßergebnisse zu erreichen.

Für den Einsatz in Prozeß-Meßzellen ist ein derartiges Verfahren wegen des damit verbundenen Aufwandes untauglich. Mit der deutschen Patentanmeldung, Aktenz.: P 19529787.3, wurde für eine Prozeß-Meßzelle vorgeschlagen, die Kapillare zwischen den Messungen mittels einer Nadel zu reinigen. Neben den Risiken, welche durch mögliche mechanische Fehlfunktionen bestehen, kann mit solch einer Nadel prinzipbedingt nur die Innenfläche der Kapillare gereinigt werden. Am Kopf der Kapillare abgelagerte Verunreinigungen können nicht beseitigt werden. Solche Ablagerungen führen aber, da sie wesentlichen Einfluß auf den Ablösemechanismus der Blasen von der Kapillare und damit auf den Blasenabdruck bzw. den dabei zu verzeichnenden Druckverlauf haben, zu inakzeptablen Meßfehlern.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein einfaches und funktionssicheres Verfahren zur Reinigung von Kapillaren von Prozeß-Meßzelle sowie eine Einrichtung zur Durchführung eines solchen Verfahrens zu schaffen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch die kennzeichnenden Verfahrensmerkmale der Patentansprüche 1 oder 2 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen der Verfahren sind in den Unteransprüchen 3 bis 7 angegeben. Die Aufgabe zur Schaffung einer Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 ist durch die Merkmale des Patentanspruchs 8 und die Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 2 ist durch die Merkmale des Patentanspruchs 9 gelöst. Eine vorteilhafte Ausgestaltung der Einrichtung nach Anspruch 9 ist im Unteranspruch 10 angegeben.

Der wesentliche Vorteil der erfindungsgemäßen Verfahren gegenüber dem Stand der Technik besteht darin, daß das Reinigungsverfahren im Waschprozeß durchgeführt und die Meßgenauigkeit über lange Zeit ohne externe und aufwendige Reinigungsintervalle gewährleistet werden kann.

Damit wurde auch eine wesentliche Voraussetzung dafür geschaffen, daß der Einsatz von Meßzellen zur Ermittlung der Oberflächenspannung von waschaktiven Flüssigkeiten

in Hausgeräten, wie Haushaltwaschmaschinen und Geschirrspülern, möglich ist.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels einer Einrichtung zur diskontinuierlichen Bestimmung der Oberflächenspannung der Waschlage einer Haushaltwaschmaschine beschrieben.

Die zugehörige Zeichnung zeigt eine schematische Anordnung einer für die Durchführung der Verfahren geeigneten Einrichtung.

In dieser Zeichnung ist eine Kapillare 1 in einer mit Waschlage gefüllten Meßzelle 2 angeordnet. Zum Füllen und Entleeren der Meßzelle 2 ist ein Zulauf 3 mit dem Ventil 5 und ein Ablauf 4 mit dem Ventil 6 vorgesehen. Zur Zuführung des Meßluftstromes zur Kapillare 1 ist diese über eine Leitung 7 mit der regelbaren Pumpe 8 als Volumenstromquelle verbunden. Zum Beseitigen von Schwingungen im Volumenstrom ist in der Leitung 7 eine Drossel 9 als Strömungswiderstand angeordnet. Zur Bestimmung der Oberflächenspannung der Waschlage ist in der Nähe der Kapillare 1 ein Drucksensor 10 an die Leitung 7 angeschlossen, welcher die Druckschwankungen des Volumenstromes in elektrische Signale wandelt. Zwischen der Drossel 9 und der Kapillare 1 ist über ein Rückschlagventil 11 eine als Pumpe 12 ausgeführte Reinigungsluftquelle in die Leitung 7 eingebunden. Die Kapillare 1 ist mit einem Ultraschallgenerator 13a so verbunden, daß dessen Schwingungen auf die Kapillare 1 übertragen werden können. In einer anderen zweckmäßigen Ausführung der Erfindung ist der Ultraschallgenerator 13b an einer Wand der Meßzelle 2 befestigt. Die Ultraschall-schwingungen werden bei dieser Ausführung über die in der Meßzelle 2 befindliche Flüssigkeit auf die Kapillare 1 übertragen. Für das erfindungsgemäße Verfahren nach Anspruch 2 ist zusätzlich ein Strahlrohr 14 an der Meßzelle 2 so angeordnet, daß mit einer Reinigungsflüssigkeit die Kapillare 1 gespült und von außen gesäubert werden kann. Dabei ist das Strahlrohr 14 etwa rechtwinkelig zur Kapillare so angeordnet, daß es kurz vor dem Kopf der Kapillare endet. Zur Reduzierung des Aufwandes ist es vorteilhaft, die Waschlage selbst als Reinigungsflüssigkeit zu verwenden. Dazu ist das Strahlrohr 14 druckseitig mit einer Pumpe 15 verbunden, welche ihrerseits ansaugseitig an die Meßzelle 2 angeschlossen ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann beispielsweise wie folgt ablaufen:

Zum Ermitteln der Oberflächenspannung der Waschlage wird über ein nicht näher dargestelltes Steuergerät der Waschmaschine das Ventil 5 in der Zuleitung 3 geöffnet und Waschlage in die Meßzelle 2 geleitet. Das Ventil 6 im Ablauf 4 ist geschlossen. Zweckmäßigerweise erfolgt danach und vor jeder weiteren Messung ein Reinigungsvorgang. Dazu wird auf ein Signal des Steuergerätes mittels der Pumpe 12 ein Reinigungsluftstrom erzeugt, der dem mit der regelbaren Pumpe 8 erzeugten auf einem bestimmten Druckniveau gehaltenen und beständig anliegenden Meßluftstrom, überlagert wird. Dieser Reinigungsluftstrom durchströmt die Kapillare 1, während gleichzeitig der Ultraschallgenerator 13a oder 13b Ultraschallschwingungen erzeugt. Die Übertragung der Ultraschallschwingungen auf die zu reinigende Kapillare 1 erfolgt entweder über die feste Verbindung oder durch die in der Meßzelle befindliche Waschlage. Durch die Ultraschallschwingungen und den Reinigungsluftstrom werden Verunreinigungen abgelöst und gleichzeitig verhindert, daß Waschlage in die Kapillare 1 einzudringen vermag. In die Kapillare 1 eindringende Waschlage würde die Meßergebnisse verfälschen, da der Kapillardruck durch eine Benetzung der Kapillarwand mit Waschlage verändert werden würde. Unter Umständen könnte eine weitere Messung überhaupt nicht erfolgen, da

der Meßluftstrom ggf. die Kapillarkräfte von eingedrungener Waschlauge nicht zu überwinden in der Lage wäre.

Nach der Reinigung werden der Ultraschallgenerator und die den Reinigungsluftstrom erzeugende Pumpe 12 durch das Steuergerät abgeschaltet. Nach dem Abbau des in der Meßluftleitung vorhandenem erhöhten Druck schließt das Rückschlagventil 11 und der Meßvorgang zur Bestimmung der Oberflächenspannung kann eingeleitet werden.

In einer anderen Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens und der dazugehörigen Einrichtung ist zusätzlich ein Strahlrohr 14 in der Meßzelle 1 angeordnet, mit dessen Hilfe Reinigungsflüssigkeit an die Kapillare 1 gespült wird. Diese Reinigungsflüssigkeit unterstützt das Löslösen von Verunreinigungen und entfernt diese aus dem Bereich der Kapillare 1. Wird in dieser Verfahrensvariante Wasser als Reinigungsflüssigkeit benutzt, ist es wegen der Verdünnung der Waschlauge erforderlich, nachfolgend die Meßzelle erneut mit Waschlauge zu füllen. Wird die Meßflüssigkeit selbst als Reinigungsflüssigkeit genutzt, kann diese mittels einer Pumpe 15 aus der Meßzelle 1 in das Strahlrohr 14, gepumpt werden.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Reinigung von Kapillaren in Prozeß-Meßzellen, die zum diskontinuierlichen Bestimmen der Oberflächenspannung flüssiger Substanzen nach dem Blasendruckverfahren dienen, **dadurch gekennzeichnet**, daß in einem Zeitraum während einer Meßpause die Kapillare (1) in der Meßzelle (2) mit Ultraschall und zugleich mit einem Reinigungsgasstrom beaufschlagt wird, dessen Durchsatzvolumen wesentlich über dem während der Meßphase eingeleiteten Durchsatzvolumen liegt.
2. Verfahren zur Reinigung von Kapillaren in Prozeß-Meßzellen, die zum diskontinuierlichen Bestimmen der Oberflächenspannung flüssiger Substanzen nach dem Blasendruckverfahren dienen, **dadurch gekennzeichnet**, daß in einem Zeitraum während einer Meßpause die Kapillare (1) mit Ultraschall und zugleich mit einem Reinigungsgasstrom beaufschlagt wird, dessen Durchsatzvolumen wesentlich über dem während der Meßphase eingeleiteten Durchsatzvolumen liegt und die Kapillare von außen mit einer Reinigungsflüssigkeit gespült wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Reinigungsgas Luft verwendet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Reinigungsgas Inertgas verwendet wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Reinigungsflüssigkeit Wasser verwendet wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Reinigungsflüssigkeit die zu analysierende Flüssigkeit verwendet wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Durchsatzvolumen des Reinigungsgases auf das 2 bis 100fache des Meßgasstromes eingestellt wird.
8. Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 7, bestehend aus einer mit der zu analysierenden Flüssigkeit füllbaren Meßzelle (2), einer Kapillare (1), die über eine Leitung (7) mit einer Volumenstromquelle (8) mit vorgeschaltetem Strömungswiderstand (9) verbunden ist, einem Wandler (10) zur Erfassung der Meßwerte und einer Einrichtung zum Steuern des Meßvorganges, **dadurch gekennzeichnet**,

net, daß die Kapillare (1) mit einem Ultraschallgenerator (13a, 13b) in Wirkverbindung steht und eine Reinigungsgasstromquelle (12) angeordnet ist, welche über ein Rückschlagventil (11) Reinigungsgas in die Leitung (7) zwischen der Kapillare (1) und der Volumenstromregeleinrichtung (9) zu speisen vermag und Ultraschallgenerator (13a, 13b) sowie Reinigungsgasstromquelle (12) zur Steuerung des Reinigungsvorganges über die Einrichtung zum Steuern des Meßvorganges ansteuerbar sind.

9. Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 7, bestehend aus einer mit der zu analysierenden Flüssigkeit füllbaren Meßzelle (2), einer Kapillare (1), die über eine Leitung (7) mit einer Volumenstromquelle (8) mit vorgeschaltetem Strömungswiderstand (9) verbunden ist, einem Wandler (10) zur Erfassung der Meßwerte und einer Einrichtung zum Steuern des Meßvorganges, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Kapillare (1) mit einem Ultraschallgenerator (13a, 13b) in Wirkverbindung steht und eine Reinigungsgasstromquelle (12) angeordnet ist, welche über ein Rückschlagventil (11) Reinigungsgas in die Leitung (7) zwischen der Kapillare (1) und der Volumenstromregeleinrichtung (9) zu speisen vermag, eine Reinigungsflüssigkeitsquelle (15) vorgesehen ist, die über ein etwa im rechten Winkel zur Kapillare (1) angeordnetes, nahe zu deren Mündung endendes Strahlrohr (14) Reinigungsflüssigkeit an die äußere Oberfläche der Kapillare (1) zu leiten vermag, daß Ultraschallgenerator (13a, 13b) Reinigungsgasstromquelle (12) und die Reinigungsflüssigkeitsquelle (15) zur Steuerung des Reinigungsvorganges über die Einrichtung zum Steuern des Meßvorganges ansteuerbar sind.

10. Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Reinigungsflüssigkeitsquelle (15) als Pumpe ausgeführt ist, deren Ansaugseite mit der Meßzelle (2) verbunden ist.

---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

---

